

ICS: 点击此处添加 ICS 号

CCS: 点击此处添加 CCS 号

# T/CSMT

团 体 标 准

T/CSMT-XXXX—202X

## 质子转移反应飞行时间质谱仪性能测试 方法

Metrological Characteristics Testing Method for PTR-TOF-MS

(征求意见稿)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

中国计量测试学会 发布



# 目次

前言 .....	ii
1 范围 .....	3
2 规范性引用文件 .....	3
3 术语和定义 .....	3
4 测试条件 .....	4
4.1 环境条件 .....	4
4.2 测试用标准物质及其他设备 .....	4
5 测试项目和测试方法 .....	4
5.1 质量范围 .....	4
5.2 质量分辨率 .....	5
5.3 质量准确性 .....	5
5.4 质量稳定性 .....	5
5.5 检测限 .....	6
5.6 线性范围 .....	7
5.7 重复性 .....	7
5.8 试剂离子纯度 .....	8

# 前 言

本标准按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分:标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本标准由中国测试技术研究院化学研究所提出。

本标准由中国计量测试学会归口。

本文件起草单位：中国测试技术研究院化学研究所、四川大学、成都艾立本科技有限公司、中国计量科学研究院、成都市环境保护科学研究院、北京雪迪龙科技股份有限公司、万盈美(天津)健康科技有限公司、杭州谱育科技发展有限公司。

本文件主要起草人：谢琪、潘义、李怀平、段忆翔、赵忠俊、杨燕婷、郭星、吴海、冯淼、胡丹、魏文、李迎新、李鹏、孙运、娄建秋、李晗、魏正宁、潘祖帮、王思聪、陈劼靖、陈宇。

本标准系首次发布。

# 质子转移反应飞行时间质谱仪性能测试方法

## 1 范围

本标准适用于质子转移反应飞行时间质谱仪质量范围、质量分辨率、质量准确性、质量稳定性、灵敏度、检测限、线性范围、重复性、试剂离子纯度等性能的测试。

## 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件；凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 33864-2017 质谱仪通用规范

GB/T 6041-2020 质谱分析方法通则

T/CIMA 0019-2019 质子转移反应质谱仪

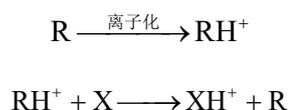
## 3 术语和定义

下列术语适用于本文件。

质子转移反应离子化

反应试剂（R）在试剂离子发生器内生成试剂离子（RH<sup>+</sup>），RH<sup>+</sup>与待测物分子（X）在漂移反应管中发生质子转移反应，将质子转移给待测物分子生成质子化离子（XH<sup>+</sup>）。

反应式为：



反应试剂通常使用 H<sub>2</sub>O，也可以使用 NH<sub>3</sub>、N<sub>2</sub>H<sub>4</sub> 等。

## 4 测试条件

### 4.1 环境条件

4.1.1 环境温度：（20~30）℃，温度波动不大于 2℃。

4.1.2 相对湿度：（20~80）%，相对湿度波动不大于 5%。

4.1.3 交流供电电源：电压（220±22）V，频率（50±1）Hz。

4.1.4 室内应清洁无尘，排风良好，无易燃、易爆、腐蚀性气体。

4.1.5 质谱仪应平稳放置于工作台，周围无强烈机械震动和电磁干扰。

### 4.2 测试用标准物质及其他设备

4.2.1 氮中甲苯气体标准物质，1 μmol/mol~100 μmol/mol， $U_{rel} \leq 3\%$ （ $k=2$ ）。使用时采用经过校准的气体稀释装置（最大稀释倍数不小于 1000 倍），将其稀释至合适浓度。

4.2.2 高纯氮气，纯度为 99.999%。

4.2.3 全氟三正丁胺（色谱纯）。使用时采用经过校准的微量进样器，将其稀释至合适浓度。

## 5 测试项目和测试方法

### 5.1 质量范围

质谱仪按操作说明运行，待稳定后，对相关标准物质/试剂进行测试，获得并记录质谱图。在质谱图中可检测到的质荷比的最大值和最小值区间为质量范围。最大值允许外延 10% 以内取整，最大值和最小值可分别测试获得。

示例：质谱仪（质量范围：19 u~700 u）按操作说明运行，使用 H<sub>2</sub>O 作为反应试剂。待质谱仪稳定后，对一定浓度的全氟三正丁胺进行测试，获得并记录质谱图。在质谱图中可观察到 H<sub>3</sub>O<sup>+</sup> 的峰和 N(C<sub>4</sub>F<sub>9</sub>)<sub>3</sub>H<sup>+</sup> 的峰。

## 5.2 质量分辨率

质谱仪按操作说明运行，待稳定后，对浓度为 100 nmol/mol 的甲苯气体标准物质进行测试，积分时间 60 s，获得并记录质谱图，按式（1）计算质量分辨率  $R$ 。

$$R = \frac{M}{W_{1/2}} \quad (1)$$

式中：

$R$ ——质谱仪的质量分辨率，单峰法计算，无量纲；

$M$ —— $C_7H_9^+$  质谱峰对应的质荷比，单位为原子质量单位（u）；

$W_{1/2}$ —— $C_7H_9^+$  质谱峰 50% 峰高处的峰宽，单位为原子质量单位（u）。

## 5.3 质量准确性

质谱仪按操作说明运行，待稳定后，对浓度为 100 nmol/mol 的甲苯气体标准物质进行测试，积分时间 60 s，获得并记录质谱图。重复测试 3 次，按式（2）计算质谱仪的质量准确性  $D_A$ 。

$$D_A = \overline{M} - M_0 \quad (2)$$

式中：

$D_A$  ——质量准确性，单位为原子质量单位（u）；

$\overline{M}$  ——三次测量  $C_7H_9^+$  质谱峰的质荷比平均值，单位为原子质量单位（u）；

$M_0$  —— $C_7H_9^+$  的理论质荷比，单位为原子质量单位（u）。

## 5.4 质量稳定性

质谱仪按操作说明运行，待稳定后，对浓度为 100 nmol/mol 的甲苯气体标准物质进行测试，积分时间 60 s，获得并记录质谱图。每小时测试 1 次，进行不低于 8 次的多次测试，测试时间间隔均匀分布，测试过程中不允许进行调谐或质量校准。选取  $C_7H_9^+$  质谱峰，每次按式（3）分别计算偏差，取多次测试中计算结果绝对值最大的数值作为质谱仪的质量稳定性。

$$D_{si} = M_i - M_0 \quad (3)$$

式中：

$D_{si}$  ——第  $i$  次测量的质量偏差，单位为原子质量单位（u）；

$M_i$  ——第  $i$  次测量  $C_7H_9^+$  质谱峰的质荷比，单位为原子质量单位（u）；

$M_0$  —— $C_7H_9^+$  的理论质荷比，单位为原子质量单位（u）。

### 5.5 检测限

质谱仪按操作说明运行，待稳定后，分别对浓度为 1 nmol/mol、5 nmol/mol、10 nmol/mol、20 nmol/mol、50 nmol/mol 的甲苯气体标准物质进行测试，积分时间 60 s，每个浓度点分别进行 3 次  $C_7H_9^+$  质谱峰信号强度重复测试，取三次测试的平均值后，按线性回归法求出工作曲线的斜率（ $b$ ），即为仪器测定甲苯的灵敏度（ $S$ ）。对高纯氮气进行 11 次重复测试，积分时间 60 s，记录  $C_7H_9^+$  质谱峰信号强度，按式（4）计算单次测量的标准偏差，按式（5）计算仪器测定甲苯的检测限。

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{11} (I_i - \bar{I})^2}{11-1}} \quad (4)$$

$$D_L = \frac{3s}{b} \quad (5)$$

式中：

$s$  ——单次测量的标准偏差；

$I_i$  ——第  $i$  次测量  $C_7H_9^+$  质谱峰的信号强度；

$\bar{I}$  ——11 次测量  $C_7H_9^+$  质谱峰信号强度的算术平均值；

$D_L$  ——检测限，单位为 nmol/mol；

$b$  ——工作曲线的斜率。

## 5.6 线性范围

质谱仪按操作说明运行，待稳定后，在仪器测量范围内取至少 5 个浓度点的甲苯气体标准物质进行测试，积分时间 60 s，每个浓度点分别进行 3 次  $C_7H_9^+$  质谱峰信号强度重复测试，按式（6）计算线性相关系数  $r$ 。当  $r$  不小于 0.99 时，最大浓度与最小浓度的比值即为线性范围。

$$r = \frac{S_{Cl}}{\sqrt{S_{CC}S_{II}}} \quad (6)$$

$$S_{CC} = \sum_{i=1}^n c_i^2 - \frac{\left(\sum_{i=1}^n c_i\right)^2}{n} \quad (7)$$

$$S_{II} = \sum_{i=1}^n \bar{I}_i^2 - \frac{\left(\sum_{i=1}^n \bar{I}_i\right)^2}{n} \quad (8)$$

$$S_{Cl} = \sum_{i=1}^n c_i \bar{I}_i - \frac{\sum_{i=1}^n c_i \sum_{i=1}^n \bar{I}_i}{n} \quad (9)$$

式中：

$S_{Cl}$ —甲苯气体标准物质浓度与  $C_7H_9^+$  质谱峰信号强度的协方差；

$S_{CC}$ —甲苯气体标准物质浓度的方差；

$S_{II}$ — $C_7H_9^+$  质谱峰信号强度的方差；

$\bar{I}_i$ —第  $i$  个浓度点 3 次测量  $C_7H_9^+$  质谱峰信号强度算术平均值；

$c_i$ —第  $i$  个浓度点的浓度；

$n$ —浓度点个数。

## 5.7 重复性

质谱仪按操作说明运行，待稳定后，使用浓度为 100 nmol/mol 的甲苯气体标准物质进行测试，积分时间 60 s，获得并记录质谱图。重复测试 7 次，按式（10）计算相对标准

偏差 RSD 作为重复性。

$$RSD = \frac{1}{\bar{I}} \times \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^7 (I_i - \bar{I})^2}{7-1}} \times 100\% \quad (10)$$

式中：

$I_i$ ——第  $i$  次测量  $C_7H_9^+$  质谱峰的信号强度；

$\bar{I}$ ——7 次测量  $C_7H_9^+$  质谱峰信号强度的算术平均值。

## 5.8 试剂离子纯度

质谱仪按操作说明运行，待稳定后，使用浓度为 100 nmol/mol 的甲苯气体标准物质进行测试，积分时间 60 s，获得并记录质谱图，按式 (11) 计算试剂离子纯度。

$$Q = \frac{I_{C_7H_8^+}}{I_{C_7H_9^+}} \times 100\% \quad (11)$$

式中：

$Q$ ——试剂离子纯度；

$I_{C_7H_8^+}$ —— $C_7H_8^+$  质谱峰的信号强度；

$I_{C_7H_9^+}$ —— $C_7H_9^+$  质谱峰的信号强度。